

PCT / IB 0/3 00 53 5
12.02.03 #2

REC'D 24 FEB 2003

WIPO

PCT

BEST AVAILABLE COPY

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

17 JAN. 2003

Fait à Paris, le _____

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04
Télécopie : 33 (1) 42 93 59 30
www.inpi.fr



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE
26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ
Code de la propriété intellectuelle - Liv

erfa
N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 1/2

R1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 303301

Réserve à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE **13 FEV 2002**

UEU **75 INPI PARIS B**

N° D'ENREGISTREMENT

0201790

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE

13 FEV. 2002

PAR L'INPI

Vos références pour ce dossier

(facultatif)

BIF023136/FR

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

RINUY, SANTARELLI
14, avenue de la Grande Armée
75017 PARIS

Confirmation d'un dépôt par télécopie

☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie

2 NATURE DE LA DEMANDE

Cochez l'une des 4 cases suivantes

Demande de brevet

☒

Demande de certificat d'utilité

☐

Demande divisionnaire

☐

Demande de brevet initiale

N°

Date

ou demande de certificat d'utilité initiale

N°

Date

Transformation d'une demande de

☐

brevet européen *Demande de brevet initiale*

N°

Date

3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Procédé de polissage mécano-chimique de substrats métalliques

4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ
OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE
LA DATE DE DÉPÔT D'UNE
DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

5 DEMANDEUR

☒ S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

Nom ou dénomination sociale

CLARIANT (FRANCE)

Prénoms

Forme juridique

N° SIREN

Code APE-NAF

Société par actions simplifiée

70, Avenue du Général de Gaulle,

Adresse

Rue

Code postal et ville

92180 PUTEAUX

Pays

**FRANCE
FRANCAISE**

Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

Remplir impérativement la 2^{ème} page

REMISE DES PIÈCES DATE 13 FEV 2002 LIEU 75 INPI PARIS B N° D'ENREGISTREMENT 0201780 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		BIF023136/FR	
6 MANDATAIRE Nom Prénom Cabinet ou Société N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel Adresse Rue Code postal et ville N° de téléphone <i>(facultatif)</i> N° de télécopie <i>(facultatif)</i> Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		RINUY, SANTARELLI 14 AVENUE DE LA GRANDE ARMÉE 75017 PARIS 01 40 55 43 43	
7 INVENTEUR(S) Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE Établissement immédiat ou établissement différé		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)  Georges PERIN N°92.1191 RINUY, SANTARELLI		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI 	

5 La présente invention concerne un procédé de polissage mécano-chimique ainsi qu'une composition abrasive utilisés dans le polissage et l'aplanissement des surfaces dans l'industrie microélectronique des semi-conducteurs, et plus particulièrement des substrats comprenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant.

10 Les circuits intégrés sont constitués par un nombre important de dispositifs actifs (transistors par exemple).

Ces dispositifs actifs, isolés les uns des autres, doivent être interconnectés via l'utilisation d'interconnexions à des niveaux multiples.

Différents métaux sont utilisés pour réaliser ces interconnexions et
15 il est souvent nécessaire de polir ces couches métalliques lors du processus de fabrication.

Le polissage mécano-chimique (CMP) est une technologie très utilisée dans l'industrie microélectronique des semi-conducteurs pour polir différentes couches de matières se trouvant sur ou dans des substrats semi-
20 conducteurs.

Pour le polissage mécano-chimique de substrats contenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant, deux phénomènes doivent être évités :

- Une attaque de la couche d'isolant sous-jacente, appelée aussi érosion. Cela
25 introduit localement des reliefs et va à l'encontre du but d'aplanissement recherché.
- Un excès de polissage de la couche métallique, appelé aussi "dishing" qui va générer également des reliefs.

Il est donc souhaitable de trouver des compositions abrasives
30 permettant d'obtenir une vitesse de polissage élevée de la couche métallique, un excellent état de surface de la couche métallique et de la couche d'isolant, une uniformité de polissage de la couche métallique ainsi qu'une bonne

sélectivité entre le polissage du métal et celui de l'isolant.

Les compositions abrasives connues à ce jour pour polir des substrats contenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant contiennent essentiellement un abrasif, un agent oxydant et un additif permettant de modifier la sélectivité de polissage des couches (voir Advanced Silicon Processing – 2002 , chapitre 5, page 57, Lattice Press).

US 5,916,855, US 6,117,783, US 5,244,534 décrivent l'utilisation de bouillies de polissage contenant des particules d'alumine. Ces compositions de polissage présentent de bonnes vitesses de polissage de la couche métallique ainsi qu'une bonne sélectivité par rapport à la couche d'isolant. Cependant, ces particules d'alumine sont peu stables dans le temps et ont tendance à former des agglomérats provoquant des micro-rayures à la surface des couches polies.

Il est donc nécessaire de recourir à une deuxième étape de polissage pour éliminer ces rayures (voir Advanced Silicon Processing – 2002, chapitre 5, page 58, Lattice Press).

Des particules colloïdales de silice pyrogénée (ou fumées de silice) sont également utilisées comme dans EP-A-708160, EP-A-844290 ou EP-A-896042.

L'utilisation de ces particules présente un certain nombre d'inconvénients. Tout d'abord, du fait de la distribution large de la longueur des agrégats, il y a une tendance à la sédimentation de ces derniers au cours du temps donc un manque de stabilité. D'autre part, cette faible stabilité ne peut être minimisée que par une agitation constante de la suspension, ce qui ne facilite pas la mise en œuvre.

Plus récemment, l'utilisation de silice colloïdale pour le polissage de métaux est décrite par exemple dans le brevet WO 00/30154. Cependant, une faible sélectivité de polissage métal/isolant est observée.

Or, la demanderesse a constaté de façon surprenante et inattendue que l'utilisation de particules de silice colloïdale de petites tailles, individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes, en suspension aqueuse acide , et en présence d'un oxydant permettait d'obtenir directement

une vitesse de polissage élevée de la couche métallique, un excellent état de surface de la couche métallique et de la couche d'isolant, une uniformité de polissage de la couche métallique ainsi qu'une bonne sélectivité entre le polissage du métal sur isolant sans avoir à procéder à une deuxième étape
5 supplémentaire de polissage de finition.

C'est pourquoi la présente demande a pour objet un procédé de polissage mécano-chimique (encore dit CMP) de substrats utilisés dans l'industrie microélectronique des semi-conducteurs contenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant, dans lequel on soumet à un
10 frottement la ou les couches métalliques à l'aide d'un tampon de polissage en mettant en mouvement le substrat par rapport au tampon et en pressant le substrat contre ledit tampon, et l'on dépose une composition abrasive sur le tampon pendant le polissage, caractérisé en ce que ledit procédé est effectué en une seule étape et en ce que la composition abrasive comprend :

- 15 - une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes avec un diamètre moyen des particules compris entre 5 et 20 nm,
- un agent oxydant.

On peut citer notamment à titre de substrats selon la présente
20 invention des substrats dans lesquels la couche métallique est sélectionnée dans le groupe comprenant le tungstène, l'aluminium, le cuivre, le titane, le tantale, le nitrure de titane, le nitrure de tantale et n'importe quelle combinaison ou alliage de ce groupe.

La couche métallique est avantageusement sélectionnée dans le
25 groupe comprenant le tungstène, le titane, le nitrure de titane et n'importe quelle combinaison ou alliage de ce groupe.

La couche d'isolant est notamment sélectionnée dans le groupe comprenant l'oxyde de silicium, l'oxyde de tétraéthoxysilane, le verre de phosphosilicate et le verre de borophosphosilicate.

30 La composition abrasive peut être versée sur le tampon de polissage de manière continue ou séquentielle, régulièrement ou non. La composition est ainsi entraînée à l'interface entre le tampon de polissage et le

substrat et peut ainsi polir la surface de ce dernier.

Le tampon de polissage est habituellement réalisé en polymère organique de type polyuréthane.

Lors de son emploi, la suspension aqueuse acide de silice colloïdale ci-dessus est utilisée à une concentration pondérale en silice comprise entre 0,1 et 15 %, notamment comprise entre 1 et 10 %, particulièrement comprise entre 2 et 5 %.

La suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est de préférence utilisée à un pH inférieur à 5, notamment compris entre 1 et 5, particulièrement compris entre 1,5 et 3.

L'acidification peut être obtenue notamment par addition d'un acide minéral tel que d'acide nitrique.

Le diamètre moyen des particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est avantageusement compris entre 7 et 15 nm, particulièrement entre 9 et 12 nm.

Les particules de silice colloïdale utilisables dans la présente invention peuvent être obtenues par mise en œuvre de procédés par voie humide en partant de matières premières telles que le tétraméthyl- ou tétraéthyl-orthosilicate ou bien encore le silicate de sodium ou de potassium.

Ces procédés connus de l'homme de l'art sont décrits dans "K. K. Iler, The Chemistry of Silica, chapitre 9, pages 331 à 343, Ed. Wiley Interscience, 1979".

On obtient par ces procédés directement des suspensions aqueuses de particules individualisées de silice colloïdale, non liées entre elles par des liaisons siloxanes, stables dans le temps.

Il y a lieu de rappeler ici les différences fondamentales existant entre les particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes et d'autres types de silice comme les silices pyrogénées appelées encore fumée de silice.

Ces particules de silice pyrogénée peuvent être obtenues par mise en œuvre de procédés par voie sèche. Elles sont préparées par exemple

par combustion de tétrachlorosilane de haute pureté avec de l'hydrogène et de l'oxygène dans une chambre à combustion à haute température. Les particules ne sont pas individualisées mais existent sous forme d'agrégats ou d'agglomérats de particules primaires de silice sphérique de 5 à 50 nm qui forment des agrégats de particules de longueur généralement comprise entre 50 à 500 nm. Les particules obtenues sous forme de poudre doivent être dispersées dans le milieu de polissage (eau par exemple).

La structure des différentes silices est illustrée ci-après dans les figures.

10 Par ailleurs, l'eau oxygénée est mentionnée régulièrement comme un oxydant des métaux dans les bouillies de polissage.

Néanmoins, il existe plusieurs inconvénients à l'utilisation de l'eau oxygénée. Elle se décompose dans le temps, ce qui conduit à une diminution de l'activité de la composition abrasive. Par conséquent, pour le transport et le stockage, un emballage spécifique pour la composition abrasive et un emballage spécifique pour l'eau oxygénée sont requis et l'eau oxygénée est rajoutée à la composition abrasive au dernier moment avant utilisation.

Dans des conditions préférentielles de mise en œuvre du procédé ci-dessus décrit, l'oxydant est un iodate, notamment l'iodate de potassium ou l'iodate de sodium.

L'oxydant est par exemple utilisé à une concentration pondérale comprise entre 0,1 et 15 % dans la composition prête à l'emploi, notamment comprise entre 0,1 et 6 %, avantageusement comprise entre 2 et 5 %.

Les compositions abrasives objet de la présente invention possèdent de très intéressantes propriétés.

Elles permettent d'obtenir une vitesse de polissage élevée de la couche métallique.

Elles permettent également d'obtenir un excellent état de surface de la couche métallique et de la couche d'isolant.

30 Le polissage de la couche métallique est uniforme.

Il faut tout autant noter bonne sélectivité entre le polissage du métal et celui de l'isolant.

Selon l'oxydant utilisé, elles peuvent être prêtes à l'emploi.

C'est pourquoi la présente demande a aussi pour objet une composition abrasive pour polissage mécano-chimique, caractérisée en ce que ladite composition abrasive comprend :

- 5 - une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes avec un diamètre moyen des particules compris entre 5 et 20 nm,
- un agent oxydant.

La présente demande a également pour objet une composition
10 abrasive ci-dessus prête à l'emploi, ne nécessitant pas de rajouter l'oxydant au moment de l'utilisation, caractérisée en ce que l'oxydant est un iodate, notamment l'iodate de potassium ou l'iodate de sodium.

Les compositions abrasives de la présente invention peuvent
optionnellement contenir des additifs tels que des tensioactifs, des agents de
15 complexation, des inhibiteurs de corrosion, des additifs qui modifient la sélectivité de polissage, des agents de tamponnage, des stabilisants, des bactéricides, des fongicides et des biocides.

Les conditions préférentielles de mise en œuvre des procédés ci-
dessus décrites s'appliquent également aux autres objets de l'invention visés ci-
20 dessus, notamment aux compositions abrasives.

La structure de la silice colloïdale dont les particules sont individualisées et non liées entre elles par des liaisons siloxane est illustrée dans la Figure 1 par une photographie au microscope électronique.

La structure de la silice pyrogénée est illustrée dans la Figure 2
25 par une photographie au microscope électronique.

Les exemples qui suivent illustrent la présente demande.

Exemple 1

A 8 370 g d'une suspension aqueuse acide de silice colloïdale
30 ayant une concentration pondérale en silice de 20 %, un diamètre moyen des particules de 12 nm et un pH de 2,4 (commercialisée sous le nom de Klébosol® PL 152H-12), on ajoute 53 630 g d'une solution aqueuse de KIO_3 à 4,5 %. On

obtient 62 000 g d'une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 12 nm et 3,9 % en poids de KIO_3 à titre d'oxydant.

Le pH de la composition abrasive est ajusté à 2,1 par addition
5 d'acide nitrique à 65 %.

Exemple 2

On prépare une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 7 nm,
10 un pH de 2,1 et 3,9 % de KIO_3 à titre d'oxydant en opérant comme dans l'exemple 1 mais en utilisant une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 7 nm.

Exemple 3

15 On prépare une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 9 nm, un pH de 2,1 et 3,9 % de KIO_3 à titre d'oxydant en opérant comme dans l'exemple 1 mais en utilisant une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 9 nm.

20

Exemple 4

A 8 370 g d'une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant une concentration pondérale en silice de 20 %, un diamètre moyen des particules de 12 nm et un pH de 2,4 (commercialisée sous le nom de Klébosol®
25 PL 152H-12), on ajoute 16 533 g d'une solution aqueuse à 30 % de H_2O_2 puis on ajoute la quantité d'eau suffisante pour atteindre 62 000 g

On obtient 62 000 g d'une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 12 nm et 8 % en poids de H_2O_2 à titre d'oxydant.

30 Le pH de la composition abrasive est ajusté à 2,1 par addition d'acide nitrique à 65 %.

Exemple de comparaison C1

A 5 580 g d'une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant une concentration pondérale en silice de 30 %, un diamètre moyen des particules de 25 nm (commercialisée sous le nom de Klébosol® PL 150H-25),
5 on ajoute 56 420 g d'une solution aqueuse de KIO_3 à 4,3 %. On obtient 62 000 g d'une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 25 nm et 3,9 % en poids de KIO_3 à titre d'oxydant.

Le pH de la composition abrasive est ajusté à 2,1 par addition
10 d'acide nitrique à 65 %.

Exemple de comparaison C2

On prépare une composition de polissage acide contenant 2,7 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 50 nm,
15 un pH de 2,1 et 3,9 % de KIO_3 à titre d'oxydant en opérant comme dans l'exemple de comparaison C1 mais en utilisant une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 50 nm (commercialisée sous le nom de Klébosol® PL 150H-50).

20 Exemple de comparaison C3

A 46 500 g d'une suspension aqueuse acide de silice colloïdale ayant une concentration pondérale en silice de 20 %, un diamètre moyen des particules de 12 nm et un pH de 2,4 (commercialisée sous le nom de Klébosol® PL 152H-12) on ajoute 13 082 g d'eau puis on dissout sous agitation 2 418 g de
25 KIO_3 .

On obtient 62 000 g d'une composition de polissage acide contenant 15 % en poids de silice colloïdale ayant un diamètre moyen des particules de 12 nm et 3,9 % en poids de KIO_3 à titre d'oxydant.

Le pH de la composition abrasive est ajusté à 2,1 par addition
30 d'acide nitrique à 65 %.

EXEMPLES D'APPLICATION

Pour le polissage de l'isolant, on utilise des substrats en silicium sur lesquels on dépose par plasma une couche d'oxyde de tétraéthoxysilane (TEOS) d'environ 3200 Å.

- 5 Pour le polissage du tungstène, on utilise des substrats en silicium sur lesquels on dépose une couche de TEOS (environ 6000 Å), puis une couche de titane (environ 300 Å), ensuite une couche de nitrure de titane (environ 1000 Å) et enfin une couche de tungstène (environ 8000 Å).

10 La couche de TEOS et de tungstène est ensuite polie sur une polisseuse Mecapol® E460 dans les conditions suivantes :

- Force d'appui : 0,48 bar
- Vitesse du plateau : 70 tours/min
- Vitesse de tête : 50 tours/min
- Débit d'abrasif : 150 ml/min
- 15 - Tampon de polissage : IC 1000 K avec sillons de Rodel

On procède ensuite au test de vitesse d'attaque de la couche de TEOS et de tungstène.

La vitesse d'attaque est mesurée par la différence d'épaisseur avant et après polissage par minute de polissage. Elle est exprimée en Å/min.

- 20 Pour la mesure d'épaisseur du TEOS, un spectro-réfectomètre AFT-6100 NANOSPEC est utilisé avec une mesure sur 49 points.

Pour la mesure d'épaisseur du tungstène, un résistivimètre 4 pointes OmniMap® RS75 KLA-Tencor est utilisé avec une mesure sur 49 points.

25

Expérimentation 1 : Effet de la taille des particules

- On a procédé au polissage d'une couche de tungstène et de TEOS dans les conditions mentionnées ci-dessus au moyen de compositions abrasives comprenant une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes.
- 30

Les compositions abrasives contiennent 2,7 % en poids de silice colloïdale, ont un pH de 2,1 et contiennent 3,9 % en poids de KIO_3 .

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 1.

Tableau 1

Essais	Diamètre moyen des particules abrasives (nm)	Vitesse de polissage du tungstène (Å/min)	Vitesse de polissage du TEOS (Å/min)	Sélectivité Tungstène/TEOS
1	7	2400	90	26/1
2	9	2800	110	25/1
3	12	3300	250	13/1
4	25	2000	1000	2/1
5	50	1000	1700	0,6/1

5 Les différents essais dans le tableau 1 montrent l'influence de la taille des particules abrasives sur la vitesse de polissage de la couche métallique et de la couche d'isolant ainsi que la sélectivité de polissage métal sur isolant.

10 On peut constater pour les petites tailles de particules (7, 9 et 12 nm) :

- une bonne vitesse de polissage de la couche de tungstène
- une faible vitesse de polissage du TEOS

qui révèlent une bonne sélectivité de polissage tungstène / TEOS.

15 Par contre, pour des plus grandes tailles de particules, on peut constater :

- une diminution importante de la vitesse de polissage du tungstène
- une vitesse de polissage du TEOS accrue

qui révèlent une très mauvaise sélectivité de polissage tungstène / TEOS.

20 Expérimentation 2 : Effet du pH

Dans les mêmes conditions que précédemment, on a procédé au polissage d'une couche de TEOS et de tungstène au moyen de compositions abrasives comprenant une suspension aqueuse de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes.

25 Les compositions abrasives contiennent 2,7 en poids de silice

colloïdale, avec un diamètre moyen des particules de 9 nm et contiennent 3,9 % en poids de KIO_3 .

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 2.

5

Tableau 2

Essais	pH	Vitesse de polissage du tungstène (Å/min)	Vitesse de polissage du TEOS (Å/min)	Sélectivité Tungstène/TEOS
6	7	800	460	1,7/1
7	2,1	2800	110	25/1

De l'examen du tableau 2, il ressort qu'il est nécessaire d'avoir une composition de polissage acide pour obtenir une bonne vitesse de polissage du tungstène ainsi qu'une bonne sélectivité.

10

Exemple 3 Effet de la concentration des particules

Dans les mêmes conditions que précédemment, on a procédé au polissage d'une couche de TEOS et de tungstène au moyen de compositions abrasives comprenant une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes.

15

Les compositions abrasives, de pH 2,1 contiennent des particules de silice colloïdale avec un diamètre moyen des particules de 12 nm, et contiennent 3,9 % en poids de KIO_3 .

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 3.

20

Tableau 3

Essais	Concentration pondérale en silice colloïdale	Vitesse de polissage du tungstène (Å/min)	Vitesse de polissage du TEOS (Å/min)	Sélectivité Tungstène/TEOS
8	15 %	3500	2000	1,7/1
9	2,7 %	3300	250	13/1

Les résultats dans le tableau 3 indiquent qu'il est préférable d'utiliser une suspension aqueuse acide diluée de silice colloïdale pour obtenir une grande vitesse d'attaque du tungstène et une bonne sélectivité tungstène/TEOS.

REVENDICATIONS

1. Une composition abrasive pour le polissage mécano-chimique en une étape de substrats utilisés dans l'industrie microélectronique des semi-conducteurs contenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant, caractérisée en ce que ladite composition abrasive comprend :
- une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes avec un diamètre moyen des particules compris entre 5 et 20 nm,
 - un agent oxydant.
2. Une composition selon la revendication 1 caractérisée en ce que l'oxydant est un iodate.
3. Une composition selon la revendication 1 ou 2 caractérisée en ce que l'oxydant est l'iodate de potassium ou l'iodate de sodium.
4. Une composition selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisée en ce que l'oxydant est présent à une concentration pondérale comprise entre 0,1 et 15 %.
5. Une composition selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce que l'oxydant est présent à une concentration pondérale comprise entre 2 et 5 %.
6. Une composition selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisée en ce que le diamètre moyen des particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est compris entre 7 et 15 nm.
7. Une composition selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisée en ce que le diamètre moyen des particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est compris entre 9 et 12 nm.
8. Une composition selon l'une des revendications 1 à 7 caractérisée par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale a une concentration pondérale en silice comprise entre 0,1 et 15 %.

9. Une composition selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisée par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale a une concentration pondérale en silice comprise entre 2 et 5 %.

10. Une composition selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisée par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale a un pH compris entre 1 et 5.

11. Une composition selon l'une des revendications 1 à 10 caractérisée par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale a un pH compris entre 1,5 et 3.

12. Un procédé de polissage mécano-chimique de substrats utilisés dans l'industrie microélectronique des semi-conducteurs contenant au moins une couche métallique et une couche d'isolant, dans lequel on soumet à un frottement la ou les couches métalliques à l'aide d'un tampon de polissage en mettant en mouvement le substrat par rapport au tampon et en pressant le substrat contre ledit tampon, et dans lequel l'on dépose une composition abrasive sur le tampon pendant le polissage, caractérisé en ce que ledit procédé est effectué en une seule étape et en ce que la composition abrasive comprend :

- une suspension aqueuse acide de particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes, avec un diamètre moyen des particules compris entre 5 et 20 nm,
- un agent oxydant.

13. Un procédé de polissage mécano-chimique selon la revendication 12, caractérisé en ce que la couche métallique est sélectionnée dans le groupe du tungstène, aluminium, cuivre, titane, tantale, nitrure de titane, nitrure de tantale et n'importe quelle combinaison ou alliage de ce groupe.

14. Un procédé de polissage mécano-chimique selon la revendication 12 ou 13, caractérisé en ce que la couche métallique est sélectionnée dans le groupe comprenant le tungstène, le titane, le nitrure de titane et n'importe quelle combinaison ou alliage de ce groupe.

15. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisé en ce que la couche d'isolant est

sélectionnée dans le groupe comprenant l'oxyde de silicium, l'oxyde de tétraéthoxysilane, le verre de phosphosilicate et le verre de borophosphosilicate.

5 16. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 15 caractérisé en ce que l'oxydant est un iodate.

17. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 16, caractérisé en ce que l'oxydant est l'iodate de potassium ou l'iodate de sodium.

10 18. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 17, caractérisé en ce que l'oxydant est utilisé à une concentration pondérale comprise entre 0,1 et 15 %.

19. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 18, caractérisé en ce que l'oxydant est utilisé à une concentration pondérale comprise entre 2 et 5 %.

15 20. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 19 caractérisé en ce que le diamètre moyen des particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est compris entre 7 et 15 nm.

20 21. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 20 caractérisé en ce que le diamètre moyen des particules de silice colloïdale individualisées, non liées entre elles par des liaisons siloxanes est compris entre 9 et 12 nm.

25 22. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 21 caractérisé par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale est utilisée à une concentration pondérale en silice comprise entre 0,1 et 15 %.

30 23. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 22 caractérisé par le fait que la suspension aqueuse acide de silice colloïdale est utilisée à une concentration pondérale en silice comprise entre 2 et 5 %.

24. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des revendications 12 à 23 caractérisé par le fait que la suspension aqueuse acide

de silice colloïdale est utilisée à un pH compris entre 1 à 5.

25. Un procédé de polissage mécano-chimique selon l'une des
~~revendications 12 à 24 caractérisé par le fait que la suspension aqueuse acide~~
de silice colloïdale est utilisée à un pH compris entre 1,5 à 3.

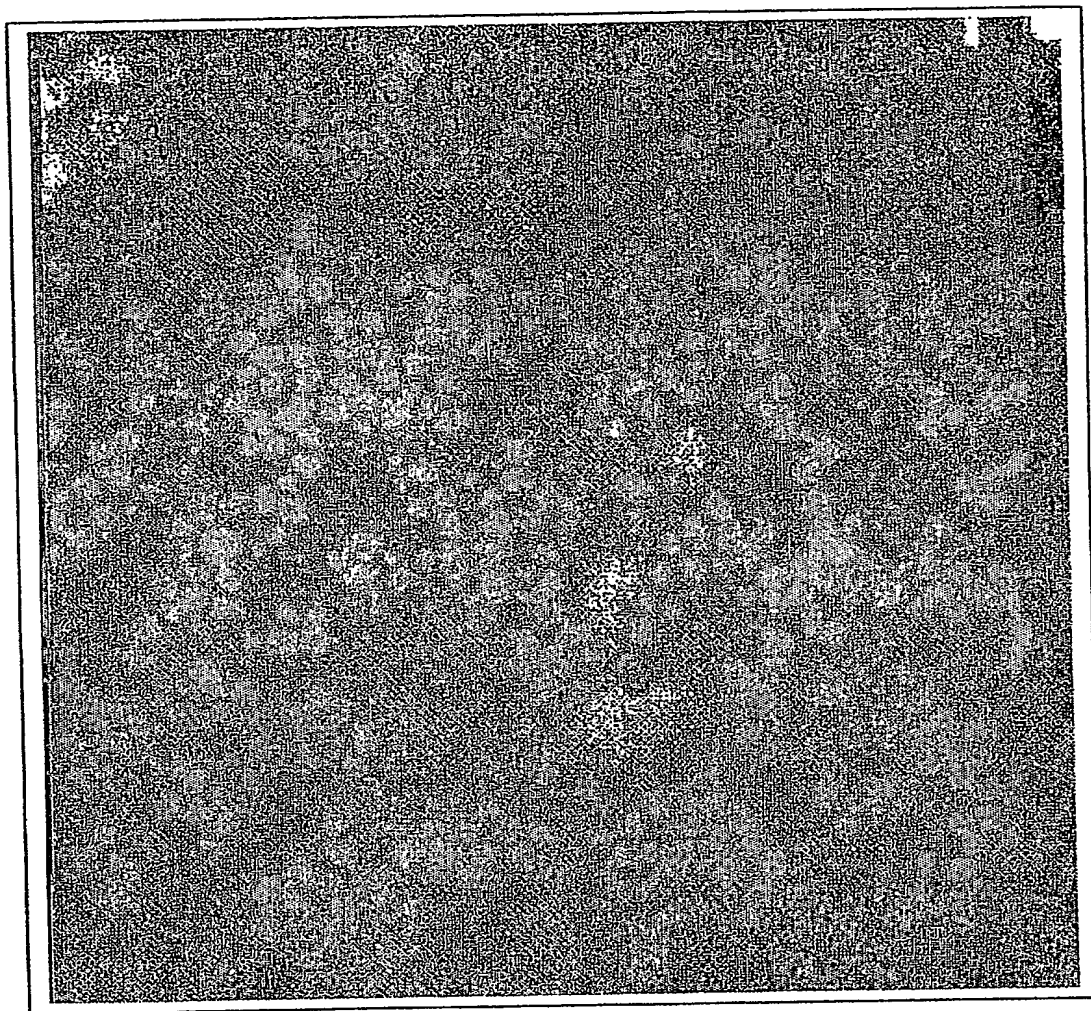


FIG. 1

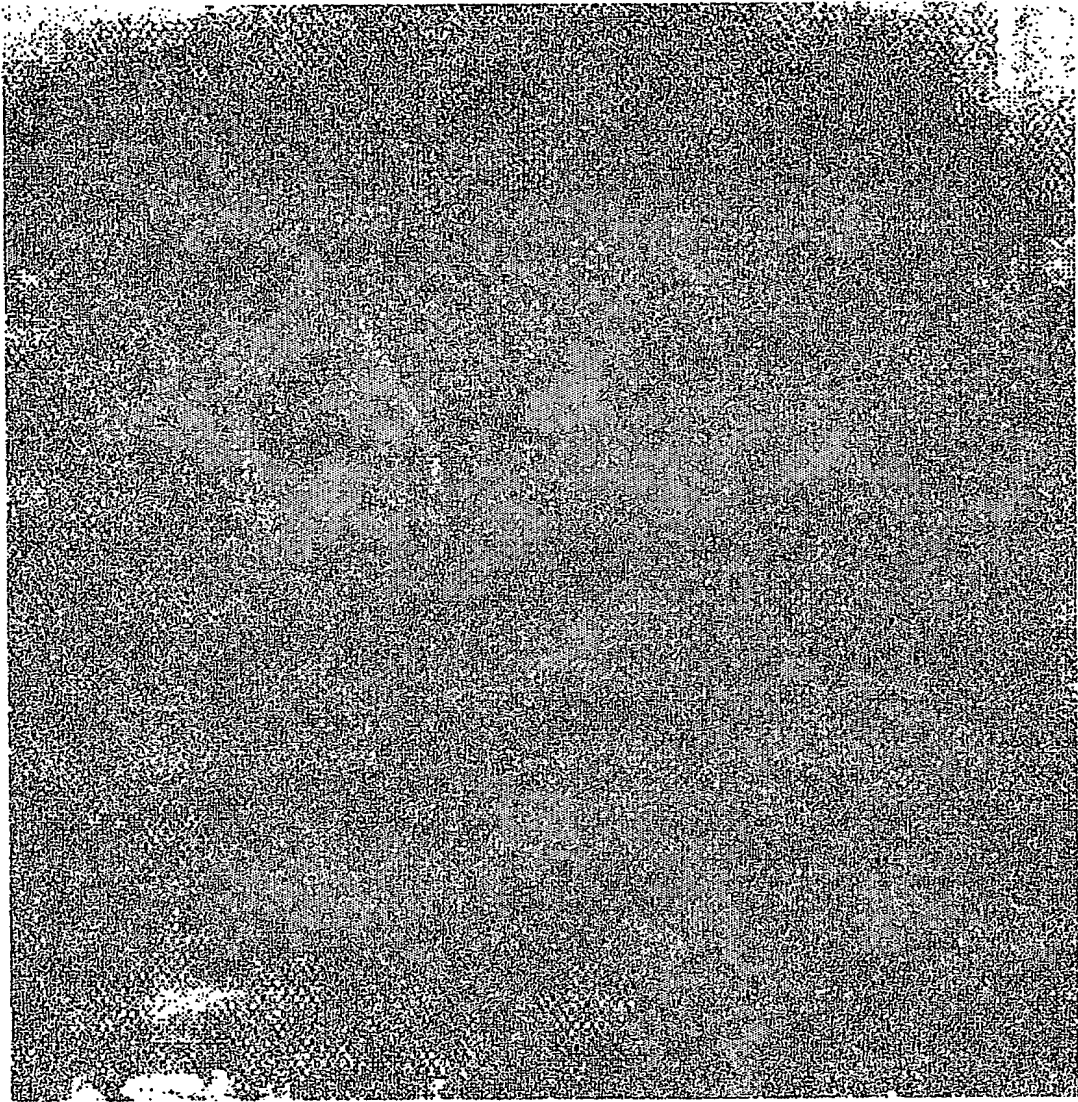


FIG. 2

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° **1 / 1**
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 V / 200301

Vos références pour ce dossier (facultatif)		BIF023136/FR
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0201796
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
Procédé de polissage mécano-chimique de substrats métalliques		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
CLARIANT (FRANCE)		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).		
Nom		JACQUINOT
Prénoms		Eric
Adresse	Rue	4, rue de la Pierre Sautée,
	Code postal et ville	6 0 3 5 0 TROSLY BREUIL, France.
Société d'appartenance (facultatif)		
Nom		BOUVET
Prénoms		Didier
Adresse	Rue	37, Grande Rue,
	Code postal et ville	1 1 1 0 MORGES, Suisse
Société d'appartenance (facultatif)		
Nom		BEAUD
Prénoms		Patrice
Adresse	Rue	Ch. du Cap 13,
	Code postal et ville	1 0 0 6 LAUSANNE, Suisse
Société d'appartenance (facultatif)		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		Le 13 Février 2002 Georges PERIN N°92.1191 RINUY, SANTARELLI

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.